

TRANSPARENT CONDUCTIVE COATING FILM

Patent Number: JP1261469
Publication date: 1989-10-18
Inventor(s): TANIGUCHI TAKASHI; others: 01
Applicant(s):: TORAY IND INC
Requested Patent: ☐ JP1261469
Application Number: JP19880088845 19880411
Priority Number(s):
IPC Classification: C09D5/24 ; C08K9/06 ; C09D7/12 ; H01B1/22 ; H01B5/14
EC Classification:
Equivalents: JP2638911B2

Abstract

PURPOSE: To obtain the title film having improved surface hardness, durability, transparency, conductivity, and antistatic properties, by mixing specified fine conductive particles with a vehicle and forming a coating film from this mixture.

CONSTITUTION: 100 pts.wt. fine conductive particles having a mean particle diameter of 10Angstrom - 5um and preferably comprising SnO₂ (optionally doped with Sb) or a mixture of SnO₂ with In₂O₃ is surface treated with at least 0.01 pt.wt. carbosilane coupling agent of formula I (wherein R<1-3> are each H, alkyl, alkenyl, aryl, or a hydrocarbon group having halogen, epoxy, glycidoxo, amino, mercapto, methacryloxy or cyano; a and b are each 0-1) to give a component. This component is mixed with a vehicle preferably comprising an organosilicon compound (hydrolyzate) of formula II (wherein R<4> and R<5> are each alkyl, alkenyl, aryl, or a hydrocarbon group having halogen, epoxy, glycidoxo, amino, mercapto, methacryloxy or cyano; X is a hydrolyzable group; c and d are each a). The mixture is applied to a transparent base material to form a coating film thereon, thus giving the title film having a thickness of 0.1-50um.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-261469

⑤ Int. Cl.⁴ 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 平成1年(1989)10月18日
 C 09 D 5/24 P Q W 6944-4 J
 C 08 K 9/06 C A M
 K C Q A-7731-4 J
 C 09 D 7/12 A-7364-5 G
 H 01 B 1/22 A-7364-5 G 審査請求 未請求 請求項の数 2 (全8頁)
 5/14

⑭ 発明の名称 透明導電性被膜

⑮ 特 願 昭63-88845

⑯ 出 願 昭63(1988)4月11日

⑰ 発 明 者 谷 口 孝 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑱ 発 明 者 倉 崎 庄 市 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

⑲ 出 願 人 東 レ 株 式 会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

明細書

1. 発明の名称

透明導電性被膜

2. 特許請求の範囲

(1) 炭素含有シランカップリング剤で表面処理された導電性微粒子とビヒクルとを主成分としてなることを特徴とする透明導電性被膜。

(2) 炭素含有シランカップリング剤処理が、下記一般式(A)で示されるシラン官能基を有する化合物によってなされることを特徴とする請求項(1)記載の透明導電性被膜。

$$R^1 R^2 \text{Si} R^3 \text{Si} \text{O} \quad (3-a-b) \quad (A)$$

 (式中R¹ R² R³は各々、水素、アルキル基、アルケニル基、アリール基、またはハロゲン、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基およびシアノ基から選ばれる少なくとも1つの置換基を有する炭化水素基であり、aおよびbは、0または1である。)

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は表面硬度に優れた導電性、帯電防止性を有する透明被膜に関するものである。とくに被膜の厚みを厚くすることが可能なことから耐久性に優れた透明導電性被膜に関するものである。

〔従来の技術〕

透明導電性被膜としては、金、銀、アルミニウムなどの金属薄膜、さらには酸化スズ、アンチモンドープの酸化スズ、あるいは酸化インジウムと酸化スズの複合酸化物(ITOと略す)がもっともよく知られている。一方、帯電防止性被膜としては前記導電性被膜以外にカチオン性あるいはアニオン性などの各種イオン性化合物を使用したものが知られている。

〔発明が解決しようとする課題〕

金、銀、アルミニウムなどの金属薄膜からなる透明導電性被膜は硬度が低い、可視光を吸収するなどの欠点がある。また、酸化スズ ITOなどからなる被膜は通常スパッタリング、熱CVD、真空蒸着などの方法によって形成されるため、厚膜化に際しては非常に生産性が悪く、コスト的に

非現実的なものである。すなわち、金属薄膜および金属酸化物薄膜からなる透明導電膜はいずれも非常に薄い膜であるため、少し硬い材質のものと衝突したり、摩耗されたりすると傷が入り、導電膜を断線させるという大きな欠点がある。

一方、イオン性化合物を用いた帯電防止性被膜は湿度などの環境変化によってその帯電防止性能が大きく左右され、とくに低湿度時にはその機能を発揮しないなどの欠点がある。

本発明は、表面硬度が高く耐久性に優れ、低湿度時にも性能低下のみられない透明導電性被膜を提供することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、前記目的を達成するために下記の構成を有する。

「炭素含有シランカップリング剤で表面処理された導電性微粒子とビヒクルとを主成分としてなることを特徴とする透明導電性被膜。」

本発明において透明導電性被膜が設けられる基材は本発明を必要とするものであれば何ら限定さ

状態を安定化し、均一被膜を得ることが容易であるという点から10オングストロームから5 μ mの一次粒子径を有するものが好ましい。ここで、一次粒子径とは、何らかの分散方法によって実質的に分散可能な粒子径を意味するものである。また、かかる導電性微粒子は、目的とする被膜の導電性と透明性によっても異なるが、通常は30～90重量%が被膜中に含まれていることが好ましい。すなわち、30重量%より少ないと十分な導電性が得られず、また90重量%より多くなると透明性などの外観、さらには基材との接着性などが低下する傾向にある。

本発明において使用される導電性微粒子は、炭素含有シランカップリング剤でその微粒子表面が処理されていることが必要である。すなわち、シランカップリング剤で処理することにより導電性微粒子の分散性が良好となり、表面硬度が向上するわけである。処理された微粒子の状態としては、微粒子表面が化学的にシランカップリング剤で結合された状態で覆われていることが処理の安定性、

れるものではないが、本発明によって得られる被膜が透明性を有する点から基材としても透明性を有する基材への適用が好ましい。また、基材の材質としては無機ガラスであっても、有機プラスチックであっても何ら問題はない。さらには基材の形状としては平板状、わん曲状、円形状などくに限定されない。また、基材の表面の全面あるいはその一部にあらかじめ金属薄膜やITO、酸化スズなどの金属酸化物薄膜などからなる透明導電膜を設けてなるものも手書き入力装置などの用途を目的としたものには好ましい。

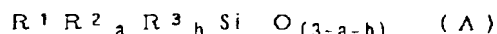
つぎに本発明における導電性微粒子とは被膜にした時に十分な透明性を与え、かつ導電性を付与するものであれば、とくに限定されるものではないが、高い導電性と透明性の両者を満足させやすいという点から酸化スズ(アンチモンドーピング物を含む)、酸化インジウム/酸化スズ混合物などがその好ましい例として挙げられる。さらにかかる導電性微粒子の平均粒子径としては上述の目的が達せられるものであればよいが、とくに分散

処理の効果が大きいなどの点から好ましい。また、シランカップリング剤によって得られる被膜で覆われていてもよい。

また、かかる炭素含有シランカップリング剤とは、少なくとも-Si-C-結合によって炭素含有有機基を有するものであり、これらの導電性微粒子に対する処理量としては、微粒子の粒径、ビヒクルとの相性などによって決定されるべきであるが、処理効果、とくに被膜の表面硬度向上効果を発現させるためには導電性微粒子100重量部に対して、0.01重量部以上であることが好ましく、さらには0.05重量部以上であることが好ましい。また、導電性保持の観点からは導電性微粒子100重量部に対して、5.00重量部以下、さらには3重量部以下であることが好ましい。

かかる炭素含有シランカップリング剤によって処理された被処理導電性微粒子としては、処理の安定性、処理の容易さなどの点から、かかるシランカップリング剤が、被処理導電性微粒子の表面に下記一般式(A)で示される官能基として存在

していることが好ましい。

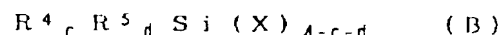


(式中 R^1 、 R^2 、 R^3 は各々、水素、アルキル基、アルケニル基、アリール基、またはハロゲン、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基およびシアノ基から選ばれる少なくとも1つの置換基を有する炭化水素基であり、 a および b は、0または1である。)

シランカップリング剤処理の方法としては、各種の方法が適用可能である。とくに一般式(A)の官能基を生成することが可能な有機ケイ素化合物、たとえば一般式(A)相当の置換基を有するアルコキシシラン、中でもメトキシ、エトキシなどの低級アルコキシシラン、アセトキシシランなどのアシルオキシシラン、クロルシランなどのハロゲンシラン、シラザン化合物、ケトオキシムシラン、イソプロペニルシランなどの加水分解可能な官能基を有する有機ケイ素化合物を気相状態、または無溶媒、あるいは各種溶媒中での液相状態で処理し、処理中および/または処理後に加水分

解反応を起こさせて表面処理することが簡便で、かつ均一な処理が可能なことから、最も好ましい。なお、処理に際しては加熱などを行なって高温下に処理することも効果的である。

本発明は、前述の炭素含有シランカップリング剤で表面処理された導電性微粒子を各種ビヒクル中に含有させて被膜化されるものであるが、ここでビヒクルとは導電性微粒子を分散可能ならしめるものであれば何でもよいが、一般に導電性微粒子がシランカップリング剤処理された無機物であり、とくにその無機酸化物であることから、これらと親和性が良く、また高硬度を与え得るものとして下記一般式(B)で表される有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物が好ましく用いられる。



(式中 R^4 、 R^5 は各々アルキル基、アルケニル基、アリール基、またはハロゲン、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基あるいはシアノ基を有する炭化水

素基、 X は加水分解性基であり、 c および d は0または1である)

かかる一般式(B)で示される有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物の具体的な代表例としては、メチルシリケート、エチルシリケート、 n -プロピルシリケート、 i -プロピルシリケート、 n -ブチルシリケート、 sec -ブチルシリケートおよび i -ブチルシリケートなどのテトラアルコキシシラン類、およびその加水分解物さらにはメチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリメトキシエトキシシラン、メチルトリアセトキシシラン、メチルトリブトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、ビニルトリメトキシエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、フェニルトリアセトキシシラン、 γ -クロロプロピルトリメトキシシラン、 γ -クロロプロピルトリエトキシシラン、 γ -クロロプロピルト

リアセトキシシラン、3,3,3-トリフロロプロピルトリメトキシシラン、 γ -メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルトリエトキシシラン、 N - β -(アミノエチル)- γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 β -シアノエチルトリエトキシシラン、メチルトリフェノキシシラン、クロロメチルトリメトキシシラン、クロロメチルトリエトキシシラン、グリシドキシメチルトリメトキシシラン、グリシドキシメチルトリエトキシシラン、 α -グリシドキシエチルトリメトキシシラン、 α -グリシドキシエチルトリエトキシシラン、 β -グリシドキシエチルトリメトキシシラン、 β -グリシドキシエチルトリエトキシシラン、 α -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 α -グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、 β -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 β -グリシドキシプロピルトリエトキシシラ

ン、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリアロポキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリブトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリフェノキシシラン、 α -グリシドキシブチルトリメトキシシラン、 α -グリシドキシブチルトリエトキシシラン、 β -グリシドキシブチルトリメトキシシラン、 β -グリシドキシブチルトリエトキシシラン、 γ -グリシドキシブチルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシブチルトリエトキシシラン、 δ -グリシドキシブチルトリメトキシシラン、 δ -グリシドキシブチルトリエトキシシラン、
(3,4-エポキシシクロヘキシル)メチルトリメトキシシラン、(3,4-エポキシシクロヘキシル)メチルトリエトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリエトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)

エトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルメチル
 ジエトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルメチル
 ジエトキシシラン、 γ -アミノプロピルメチル
 ジエトキシシラン、 γ -アミノプロピルメチルジ
 エトキシシラン、メチルビニルジエトキシシラン、
 メチルビニルジエトキシシラン、グリシドキシメ
 チルメチルジエトキシシラン、グリシドキシメ
 チルメチルジエトキシシラン、 α -グリシドキシエ
 チルメチルジエトキシシラン、 α -グリシドキシ
 エチルメチルジエトキシシラン、 β -グリシドキシ
 エチルメチルジエトキシシラン、 β -グリシド
 キシエチルメチルジエトキシシラン、 α -グリシ
 ドキシプロピルメチルジエトキシシラン、 α -グ
 リシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、 β -
 グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、
 β -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラ
 ン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシ
 シラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエト
 キシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジ
 プロポキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメ

エチルトリアロキシシラン、 β - (3,4-エポキシシクロヘキシル) エチルトリプトキシシラン、 β - (3,4-エポキシシクロヘキシル) エチルトリメトキシエトキシシラン、 β - (3,4-エポキシシクロヘキシル) エチルトリフェノキシシラン、 γ - (3,4-エポキシシクロヘキシル) プロビルトリメトキシシラン、 γ - (3,4-エポキシシクロヘキシル) プロビルトリエトキシシラン、 δ - (3,4-エポキシシクロヘキシル) ブチルトリメトキシシラン、 δ - (3,4-エポキシシクロヘキシル) ブチルトリエトキシシランなどのトリアルコキシシラン、トリアシルオキシシラン、またはトリフェノキシシラン類またはその加水分解物およびジメチルジメトキシシラン、フェニルメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルメチルジエトキシシラン、 γ -クロロプロビルメチルジメトキシシラン、 γ -クロロプロビルメチルジエトキシシラン、ジメチルジアセトキシシラン、 γ -メタクリルオキシプロビルメチルジメトキシシラン、 γ -メタクリルオキシプロビルメチルジ

チルジブトキシシラン、ア－グリシドキシプロピルメチルジメトキシエトキシシラン、ア－グリシドキシプロピルメチルジフェノキシシラン、ア－グリシドキシプロピルエチルジメトキシシラン、ア－グリシドキシプロピルエチルジエトキシシラン、ア－グリシドキシプロピルエチルジプロポキシシラン、ア－グリシドキシプロピルビニルジメトキシシラン、ア－グリシドキシプロピルビニルジエトキシシラン、ア－グリシドキシプロピルフェニルジメトキシシラン、ア－グリシドキシプロピルフェニルジエトキシシラン、などジアルコキシシランまたはジアシルオキシシラン類またはその加水分解物がその例である。

これらの有機ケイ素化合物は1種又は2種以上併用することも可能である。

これらの有機ケイ素化合物はキュア温度を下げ、硬化をより進行させるためには加水分解して使用することが好ましい。

加水分解は純水または塩酸、酢酸あるいは硫酸などの酸性水溶液を添加、攪拌することによって

製造される。さらに純水、あるいは酸性水溶液の添加量を調節することによって加水分解の度をコントロールすることも容易に可能である。加水分解に際しては、一般式(B)の加水分解性基と等モル以上、3倍モル以下の純水または酸性水溶液の添加が硬化促進の点で特に好ましい。

加水分解に際しては、アルコール等が生成してくるので、無溶媒で加水分解することが可能であるが、加水分解をさらに均一に行なう目的で有機ケイ素化合物と溶媒を混合した後、加水分解を行なうことも可能である。また目的に応じて加水分解後のアルコール等を加熱および/または減圧下に適当量除去して使用することも可能である。その後に適当な溶媒を添加することも可能である。これらの溶媒としては、アルコール、エステル、エーテル、ケトン、ハロゲン化炭化水素あるいはトルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素などの溶媒が挙げられる。またこれらの溶媒は必要に応じて2種以上の混合溶媒として使用することも可能である。また、目的に応じて加水分解反応を促

進し、さらに予備縮合等の反応を進めるために室温以上に加熱することも可能であるし、予備縮合を抑えるために加水分解温度を室温以下に下げを行なうことも可能であることは言うまでもない。

かかる有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物の硬化が通常、加熱によって行なわれるものであるが、加熱時間の短縮、低温硬化を目的に各種の硬化触媒が添加される。硬化触媒としてはカルボン酸のアルカリ金属塩やアルミニウム、チタン、ジルコニウムなどのアルコキシドあるいはキレート化合物が挙げられる。

とくにアセチルアセトンアルミニウム塩に代表されるアルミニウムキレート化合物は組成物の安定性、透明性さらには着色がないなどの点から好ましく用いられる。

また前記一般式(B)で示される有機ケイ素化合物の中でもとくに基材との接着性、表面硬度向上、耐熱性、耐候性などの点からR⁴、R⁵としては炭素数1~4のアルキル基、アルケニル基、あるいはフェニル基、さらにはエポキシ基、グリ

シドキシ基を有する有機基が好ましい。

かかる前記ビヒクル中にはさらに硬度向上、無機系基材、とくに無機ガラス、ITO膜または酸化スズ膜を有する無機ガラスなどへの接着性向上などの点から誘電体コロイド状無機酸化物の添加が好ましく適用される。ここで誘電体コロイド状無機酸化物の具体例としてはSi、Ti、Al、Zr、Sn、W、Taなどの金属酸化物が挙げられ、とくに透明性付与の点から平均粒子径が1nm~200nmを有するものが好ましく使用される。中でも導電性を向上させる目的にはSnなどのVa族金属酸化物が好ましい。

本発明の透明基材上に塗布される被膜の塗布手段としては、刷毛塗り、浸漬塗り、ロール塗り、スクリーン印刷法、スプレー塗装、スピン塗装、流し塗りなどの通常行なわれる塗布方法が容易に使用可能である。

本発明における被膜の膜厚はとくに限定されるものではない。しかし、接着強度の保持、硬度などの点から0.1μm~50μmの間で好ましく

用いられる。特に好ましくは0.5μm~20μmである。また、被膜の塗布にあたって、作業性、被膜厚さ調節などから各種溶剤により、希釈して用いられるが希釈溶剤としては例えば水、アルコール、エステル、エーテル、ハロゲン化炭化水素、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシドなどが目的に応じて種々使用が可能であり、必要に応じて混合溶媒を使用することもできる。また、酸化アンチモンなどのコロイド状無機酸化物を使用する場合にはその分散性などの点から、水、アルコール、ジメチルホルムアミド、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ベンジルアルコール、フェネチルアルコール、フェニルセロソルブなどがとくに好ましく用いられる。

本発明被膜中にはビヒクル成分として前述のケイ素化合物以外に使用可能なものとして、各種エポキシ樹脂、メラミン樹脂、アクリル樹脂、ウレタン樹脂、ポリ酢酸ビニルおよびそのケン化物、ナイロン樹脂、ポリエステル樹脂など透明性を大

大きく損なうことなく、また、硬度を低下させることのない範囲で使用可能である。また、被膜中に含まれるビヒクルの含有量としては、全被膜中に10～70重量%含まれていることが好ましい。すなわち、これより少ないと外観、基材との接着性などに問題が生じ、またこれより多くなると導電性が不良となるなどの問題がある。

本発明における被膜は通常、前述の各種成分からなる組成物を基材上に塗布して形成されるものである。

これらの組成物から被膜を形成するには一般的にはこれらの組成物を含有するコーティング組成物を塗布した後、加熱により乾燥硬化させる。

硬化温度は選択される組成物、作業条件、基材などによっても異なるが60℃～300℃、好ましくは80℃～200℃が用いられる。これより低温度では硬化が不十分であり、高温度ではクラック、被膜の分解などの不都合が生ずる。

本発明によって得られる被膜はその使用目的に応じて被膜の導電性、透明性は最適化されるべき

ものであるが、通常の透明基材への適用、液晶入力装置への応用などを考慮すると $5 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下の比抵抗値で、曇価が30%以下が好ましく用いられる。一方、帯電防止を目的とする場合には $5 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下の比抵抗値で、曇価が80%以下、さらに好ましくは $1 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下、40%以下が適用される。また、入力装置への適用で鉛筆などの導電性ペンを使用する場合にはその描画跡を残さない、あるいは除去しやすくする意味からその被膜における表面粗さは2 μm 未満であることが好ましい。ここで表面粗さはJIS B0651に定められた方法によって測定されるものである。

本発明における各成分の分散方法としては、単純な攪拌羽根使用による攪拌でも充分であるが、さらに分散状態を良好にする意味からはペイントコンディショナー、サンドミル、三本ロール、ボールミル、ホモミキサー、ホモジナイザーなどが好ましく使用される。

一方、分散状態を安定に保つ目的から各種界面

活性剤の添加も好ましく適用され、特にシリコン系界面活性剤、フッ素系界面活性剤、さらにはフェニルエーテル系界面活性剤などの非イオン系界面活性剤が好ましく使用される。

また、該被膜の色調と補色関係にある染料などを添加することによって着色の色調を感じない透明透明導電性被膜とすることもできる。

本発明によって得られる透明導電性被膜は、透明性、表面硬度に優れ、窓ガラス、CRTや液晶などの各種ディスプレイの前面板、あるいはこれらのディスプレイへの入力装置部品として有用である。

〔実施例〕

以下に本発明の趣旨を明瞭にするために実施例を挙げるが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

実施例1

(1) シラン加水分解物の調製

γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン30.2gを10℃に冷却し、攪拌しながら0.

01規定塩酸水溶液6.9gを徐々に滴下し、滴下終了後、室温にてさらに1時間攪拌を続けてシラン加水分解物を得た。

(2) コーティング剤の調製

前記シラン加水分解物に、ビスフェノールA型エポキシ樹脂(シェル化学社製 商品名 エピコート827)7.1g、N,N-ジメチルホルムアミド22.1g、ベンジルアルコール10.0g、メチルアルコール17.1g、シリコン系界面活性剤1.5gを添加混合し、さらにコロイド状五酸化アンチモンゾル(日産化学社製 商品名 アンチモンゾルA-2550)29.7g、アセチルアセトンアルミニウム塩2.2gを添加し、充分攪拌した。

さらに導電性微粒子として、表面をトリメチルメトキシシラン(カーボン量0.05%)で処理した平均粒子径が0.1 μm の酸化インジウム/酸化スズ系混合無機酸化物(ITOの微粒子)を10.0g添加して、次いでフェニルアルコール39.5gを添加し、ホモジナイザーで充分分散させ

てコーティング剤とした。

(3) コーティング剤の塗布、キュア

前項のコーティング剤を厚み3.0mmの平板状無機ガラス基板に#16のバーコーターを使用して塗布した。塗布後、5分間室内にてセッティングを行ない、その後、80℃、12分間、さらに130℃で2時間、加熱キュアさせた。

(4) 評価方法

(イ) 塗膜厚み

JIS B0651に従って行った。

(ロ) 表面硬度

JIS K5400にて鉛筆硬度を測定して、表面硬度とした。

(ハ) 透過率、ヘイズ

直読ヘイズコンピューター(スガ試験機(株))製、型式HGM-2DPを使用して測定した。

(ニ) シート表面抵抗値

4探針法による表面抵抗値を求めた。

(5) 評価結果

得られた透明導電性被膜は、良好な透明性を有

し、着色は軽微であり、外観上好ましいものであった。また、本被膜を湿度20%RHの低湿度で布による摩擦帯電テストを行なったところ、非常に良好な帯電防止効果のあることが確認できた。他の諸物性を表1に示した。

実施例2

実施例1において、基板を厚み1.0mmの透明導電膜付ガラス(ネサガラス110Ω/□)とし、コーティング剤の塗布方法をバーコート法に変えて、スピンコート法を用いた以外は、実施例1と同様に行なった。得られた導電性被膜は、実施例1と同様に透明性に優れた被膜であるとともに、被膜表面からの描画入力に対して、導電膜間に被膜全面にわたって安定した導通が得られた。また硬度Bのエンピツで描画したところ、10,000回でもキズが生じず、描画耐久性に優れた保護層が得られた。他の諸物性は表1に示した。

実施例3

実施例2において、導電性微粒子の表面をヘキサメチルジシラザン(カーボン量1.0%)で処

理した以外は実施例2と同様に行なった。得られた透明導電性被膜は、実施例2と同様の描画耐久性に優れた保護膜であった。その他の諸物性を表1に示した。

実施例4

実施例1において導電性微粒子およびビヒクルによる若干の着色を軽減するため、導電性微粒子とビヒクルの色調の補色染料として純色素成分よりなるPTB-31(CIナンバーDisperse-26)0.012gとPTV-57(CIナンバーDisperse-31)0.063gを追加添加し、ホモジナイザーで充分に分散させてコーティング剤とした他は、実施例1と同様にして行った。得られた被膜は無色透明であり、着色度(YI値)は1/2に軽減した。またこの被膜は、実施例1同様の良好な帯電防止被膜であることを確認した。他の諸物性を表1に示した。

比較例1

実施例1において表面処理を行わない酸化インジウム/酸化スズ系混合無機酸化物(ITO微粒

子)をした以外は実施例1と同様に行った。得られた透明導電性被膜は表面硬度が6Hとやや不足していた。他の諸物性を表1に示す。

比較例2

実施例2において、表面処理を行わないITO微粒子を使用した以外は、実施例2と同様に行った。得られた被膜は透明性に優れ、導通性能も優れたものであったが、表面硬度が5Hとやや不足していた。

表1

例No	外觀	評 価 結 果				
		膜厚 (μm)	透過率 (%)	ヘイズ (%)	シート抵抗 (Ω/\square)	エンピツ 硬度
実施例 1	微黄色透明	2.5	84.0	2.0	5×10^5	9H
実施例 2	微黄色透明	1.1	84.5	1.8	2×10^2	9H
実施例 3	微黄色透明	1.1	84.8	1.7	2×10^2	9H
実施例 4	無色透明	2.5	83.2	2.0	8×10^5	9H
比較例 1	微黄色透明	2.5	83.8	2.2	3×10^5	6H
比較例 2	微黄色透明	1.1	84.8	1.8	2×10^2	5H

〔発明の効果〕

本発明によって得れる透明導電性被膜には次のような効果がある。

1. 表面硬度の高い被膜が形成され、描画耐久性に優れている。
2. 透明性が高く、導電性に優れているので入力装置に有用である。
3. 低湿度においても帯電防止性に優れる。

特許出願人 東レ株式会社

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第3部門第3区分
 【発行日】平成7年(1995)10月17日

【公開番号】特開平1-261469
 【公開日】平成1年(1989)10月18日
 【年通号数】公開特許公報1-2615
 【出願番号】特願昭63-88845
 【国際特許分類第6版】

C09D 5/24 PQW 7211-4J
 C08K 9/06 KCQ 7242-4J
 C09D 7/12 PSJ 7211 4J
 H01B 5/14 A 7244-5G

特許庁長官 署名

平成 6. 0. 28 年 月 日

特許庁長官 署名

1. 事件の表示
昭和63年特許第88845号
2. 発明の名称
透明導電性被膜
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
住所 東京都中央区日本橋區町2丁目2番1号
名称 (315) 東レ株式会社
代表取締役社長 岡田 勝之助
4. 補正命令の日付 目録
5. 補正により増加する発明の数 なし
6. 補正の対象
明細書の「特許請求の範囲」および「発明の詳細な説明」の欄
7. 補正の内容

明細書中

- (1) 「特許請求の範囲」を徹底のとおり補正する。
- (2) 第7頁第2行「 $R^1, R^2, R^3, 1, O(1-4, 5)$ 」を
「 $R^1, R^2, R^3, 1, O(1, 4, 5)$ 」と補正する。
- (3) 第7頁下から第8行「シランなど」を「シランなど」と補正する。
- (4) 第14頁第1行「シラン、など」を「シランなどの」と補正する。
- (5) 第22頁下から第1行「ホセシナイザ」を「ホセシナイザー」と補正する。
- (6) 第23頁下から第5行「2UPを」を「2UP)を」と補正する。
- (7) 第24頁第7行「1. aa)」を「1. 1aa)」と補正する。

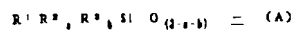
- (8) 第25頁下から第5行「静電防止」を「帯電防止」と補正する。
- (9) 第26頁第1行「をした」を「を使用した」と補正する。
- (10) 第28頁第2行「得れる」を「得られる」と補正する。

明 細

特許請求の範囲

(1) 炭素含有シランカップリング剤で表面処理された導電性微粒子とビヒタルとを主成分としてなることを特徴とする導電導電性被膜。

(2) 炭素含有シランカップリング剤が、下記一般式(A)で示されるシラン官能基を有する化合物によってなされることを特徴とする請求項(1)記載の導電導電性被膜。



(式中R¹、R²、R³は各々、水素、アルキル基、アルケニル基、アリール基、またはハロゲン、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基およびシアノ基から選ばれる少なくとも1つの置換基を有する炭化水素基であり、aおよびbは、0または1である。)